

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

(11) Veröffentlichungsnummer:

0 153 672
A2

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(21) Anmeldenummer: 85101674.1

(51) Int. Cl.⁴: **C 06 G 85/00**
B 01 J 19/06

(22) Anmeldetag: 15.02.85

(30) Priorität: 21.02.84 DE 3406178

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
04.09.85 Patentblatt 85/36

(84) Benannte Vertragsstaaten:
BE CH DE FR GB LI NL

(71) Anmelder: CASSELLA Aktiengesellschaft
Hanauer Landstrasse 526
D-6000 Frankfurt am Main 61(DE)

(72) Erfinder: Schmitz, Hermann, Dr.
Marbachweg 313
D-6000 Frankfurt 1(DE)

(72) Erfinder: Sandrock, Gerd
Donaustrasse 24
D-6460 Gelnhausen(DE)

(72) Erfinder: Lüke, Johannes
Larsnerstrasse 31
D-6000 Frankfurt 1(DE)

(72) Erfinder: vom Baur, Hans
Robert-Dissmann-Strasse 6
D-6230 Frankfurt 80(DE)

(74) Vertreter: Urbach, Hans-Georg, Dr. et al,
Hanauer Landstrasse 526
D-6000 Frankfurt am Main 61(DE)

(64) Vorrichtung zur Überführung einer flüssigen in eine feste Phase.

(67) Die Vorrichtung zur Überführung einer flüssigen in eine feste, vorzugsweise eine halbfeste, gel- oder gallertförmige Phase, wobei in einer Presse eine Mehrzahl von flachen, beheiz- bzw. kühlbaren, zusammenschiebbaren und auseinander-schiebbaren Reaktionskammern angeordnet ist, besitzt einen im Rand der zusammengeschobenen Reaktionskammern angeordneten Sammelkanal für die in die Reaktionskammern einzuführende flüssige Phase, von dem zu jeder Reaktionskammer eine in die Reaktionskammer mündende Verbindung abzweigt.

EP 0 153 672 A2

Vorrichtung zur Überführung einer flüssigen in eine feste Phase

Bei manchen Polymerisations- oder Copolymerisationsverfahren entstehen Homo- oder Copolymerisate in Form von halbfesten Produkten oder in Form von Gelen oder formstabilen Gallerten. Derartige Gele oder formstabile Gallerten werden z.B. bei der Polymerisation oder Copolymerisation von Acryl- oder Methacrylsäure oder deren Salzen, von Acrylamid und davon abgeleiteten Derivaten, wie z.B. 2-Acrylamido-2-methylpropansulfonsäure, Vinylamiden, wie z.B. Vinylacetamid, Vinylformamid, Vinylsulfonsäure, Vinylphosphonsäuren, gegebenenfalls in Anwesenheit weiterer copolymerisierbarer Substanzen gebildet. Die Polymerisation oder Copolymerisation kann dabei in Lösung oder Dispersion, z.B. in Wasser, durchgeführt werden.

Um dabei möglichst hochmolekulare Produkte zu erhalten, wird die Polymerisation oder Copolymerisation häufig ohne Umwälzung oder Rühren unter Ausnutzung des Trommsdorff-Norrish-Effektes durchgeführt. Oft ist auch der Ausschluß von Sauerstoff erforderlich. Polymerisate in Form von Gelen oder formstabilen Gallerten sind häufig klebrig und haften an der Oberfläche zahlreicher Werkstoffe. Die Durchführung derartiger Polymerisationen in größerem Maßstab bereitet daher apparative Schwierigkeiten.

Aus der Deutschen Reichspatentschrift 659 469 ist ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Herstellung blasenfreier Formgebilde, wie Scheiben oder Platten, durch Polymerisation von Vinylverbindungen oder Acrylverbindungen bekannt. Dabei wird die Polymerisation in zweckmäßig stehend angeordneten und beiderseits heiz- und kühlbaren Flachkammern bei erhöhten Temperaturen in dünnen zu örtlichen Überhitzungen keine Veranlassung gebenden Schichten durchgeführt und die gebildeten Scheiben oder Platten nach der Beendigung des Polymerisa-

1 tionsvorgangs aus der Form entnommen. Bei der zur Durch-
führung dieses Verfahrens angegebenen Vorrichtung wird
eine reihenförmige Anordnung von stehenden Polymerisa-
tionskammern in einer Art Spindelpresse zusammengefaßt.
5 Die Polymerisationskammern sind dabei durch Rahmen gebil-
det, die zwischen je zwei, von einem Wärmeaustauschmedium
durchflossenen Wärmeregulierkammern geschaltet sind, so
daß der Polymerisationsraum einer Polymerisationskammer
10 von den Außenwandungen der Wärmeregulierkammern und den
Innenflächen des eingesetzten Rahmens begrenzt ist.
Jede Reaktionskammer wird dabei über eine nach außen
führende, mit einem Zweiweghahn versehene Zuleitung mit
der zu polymerisierenden Phase befüllt. Die Rahmen und
15 Wärmeregulierkammern können in der Spindelpresse
gegeneinander bewegt werden. Dieses bekannte Verfahren
und die bekannte Vorrichtung sind vor allem zur
Herstellung von Scheiben oder Platten aus Acrylglas oder
anderem organischen Glas geeignet. In der genannten
20 Deutschen Reichspatentschrift ist zwar angegeben, daß
sich das Verfahren auch zur Herstellung halbfester oder
weicher Polymerisate eignet. Hierfür hat es jedoch bis
jetzt keine Anwendung in der Praxis gefunden. Dies dürfte
vor allem darauf zurückzuführen sein, daß die gleich-
25 zeitige Beschickung aller Kammerinhalte mit der zu poly-
merisierenden Phase, die für eine gleichmäßige
Polymerisation aller Kammerinhalte erforderlich ist,
praktisch nicht durchzuführen war und daß die Entnahme
halbfester oder weicher, gegebenenfalls klebriger Poly-
30 merisate aus den durch Rahmen und den Wänden der
Heiz-bzw. Kühlkammern gebildeten Polymerisationskammern
sehr umständlich und arbeitsaufwendig ist. Auch die
empfohlene Auskleidung der Flachkammern mit Cellulosefo-
lien oder flüssigkeitsdichten oder präparierten Papieren
oder dergleichen änderte daran wenig oder nichts.
35
Man hat daher Polymerisationsverfahren, bei denen halb-
feste Produkte, Gele oder formstabile Gallerten entste-

1 hen, in Rohren (DE-A-19 59 452, DE-A-20 39 582), Beuteln
oder anderen transportierbaren Behältern (DE-A-20 959
241) oder in dünner Schicht auf einer sich bewegenden
Oberfläche, wie einem Band oder einer Scheibe (vergl.
5 US.-C-4,283,517 und die dort zitierte Literatur) durch-
geführt. Auch diese Verfahren weisen verschiedene Nach-
teile auf. So sind sie z.B. für die Herstellung großer
Polymerisatmengen nicht geeignet und/oder weisen den
Nachteil auf, daß eine gezielte Temperaturführung nicht
10 oder nur ungenügend erreichbar ist.

Durch die vorliegende Erfindung werden diese und andere
Nachteile vermieden. Insbesondere kann ein gleicher
zeitlich und örtlich definierter Temperaturverlauf in
15 allen Kammerinhalten eingehalten werden, wodurch in allen
Kammern halbfestes oder gelförmiges Polymerisat mit den-
selben Eigenschaftsparametern gebildet wird.

Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zur Überführung
20 einer flüssigen in eine feste, vorzugsweise eine halb-
feste, gel- oder gallertförmige Phase, wobei in einer
Presse eine Mehrzahl von flachen, beheiz- bzw. kühlbaren,
zusammenschiebbaren und auseinanderschiebbaren Reaktions-
kammern angeordnet ist. Die erfindungsgemäße Vorrichtung
25 ist gekennzeichnet durch einen im Rand der zusammen-
geschobenen Reaktionskammern angeordneten Sammelkanal für
die in die Reaktionskammern einzuführende flüssige Phase,
von dem zu jeder Reaktionskammer eine in die Reaktions-
kammer mündende Verbindung abzweigt.

30 Die zusammenschiebbaren und auseinanderschiebbaren
Reaktionskammern können dabei in verschiedener Weise
gebildet werden, z.B. durch Platten mit jeweils zwischen
zwei Platten gelegten Rahmen oder durch Platten mit
35 umlaufenden erhöhten Rändern. Die Ausführung mit den
Platten mit den erhöhten umlaufenden Rändern ist
bevorzugt. Die Platten sind beheizbar bzw. kühlbar.

- 1 Die zusammenschiebbaren und auseinanderschiebbaren Platten mit den gegebenenfalls dazwischengelegten Rahmen sind in Form eines zusammenpreßbaren und wieder auseinanderschiebbaren Paketes in einer Presse angeordnet.
- 5 Es ist zweckmäßig, möglichst viele Platten mit den gegebenenfalls dazwischengelegten Rahmen in dem Paket anzuordnen, damit möglichst viele Reaktionskammern, in denen die Phasenumwandlung durchgeführt wird, in dem
- 10 Paket gebildet werden. Die Zahl der Platten und damit auch der Reaktionskammern ist im Prinzip nur durch die Größe der zur Verfügung stehenden Presse begrenzt. Normalerweise besitzt die erfindungsgemäße Vorrichtung ca. 5 bis 120, vorzugsweise 30 bis 80, Reaktionskammern.
- 15 Beim Zusammenpressen eines Pakets, das aus mehreren Platten mit erhöhten umlaufenden Rändern besteht, wird zwischen je zwei Platten mit erhöhten umlaufenden Rändern eine Reaktionskammer gebildet. Die Dicke der Reaktions-
- 20 kammer ist dabei durch den gegenseitigen Abstand der Plattenflächen gegeben und ist durch die Dicke der umlaufenden Plattenränder wählbar. Beim Zusammenpressen eines Pakets, das aus Platten mit dazwischengelegten Rahmen besteht, wird jeweils zwischen zwei Platten und
- 25 den dazwischengelegten Rahmen eine Reaktionskammer gebildet. Die Dicke der Reaktionskammer ist dabei durch die Dicke des Rahmens bedingt. Erfindungsgemäß ist im oberen Rand der zusammengeschobenen Reaktionskammern ein durch das Plattenpaket verlaufender Sammelkanal vor-
- 30 handen, von dem in jede Reaktionskammer eine Verbindung abzweigt. Zu diesem Zweck besitzt jede Platte und gegebenenfalls jeder Rahmen eine im oberen Teil im Rand quer, vorzugsweise senkrecht, zu der Plattenfläche bzw. der Rahmenfläche verlaufende Bohrung mit verhältnismäßig
- 35 großem Durchmesser, von der eine in die Reaktionskammer mündende Verbindung abzweigt. Diese Verbindung kann ebenfalls als Bohrung ausgeführt sein, wird jedoch

- 1 zweckmäßigerweise als flacher in der Oberfläche einer
Platte liegender offener Kanal ausgebildet. Bei einem
geschlossenen Paket bilden dann die senkrecht zu den
Platten bzw. Rahmen verlaufenden Bohrungen einen im
5 oberen Teil oder oberen Rand des Pakets verlaufenden
Sammelkanal mit verhältnismäßig großem Durchmesser für
die flüssige Phase, von dem in die einzelnen Reaktions-
kammern Verbindungen abzweigen.
- 10 Jede Reaktionskammer kann über den durch den oberen Rand
des Plattenpakets verlaufenden Sammelkanal und den davon
abzweigenden Verbindungen mit flüssiger Phase befüllt
werden. Falls in den Platten oder den Rahmen keine Aus-
laßöffnung für das Entweichen der gasförmigen Phase aus
15 den Reaktionskammern vorhanden ist, müssen die Reaktions-
kammern vor dem Befüllungsvorgang evakuiert werden. Nor-
malerweise ist daher in jeder Platte zusätzlich zu der
Einlaßöffnung noch eine Auslaßöffnung für die gasförmige
Phase vorhanden, so daß keine Notwendigkeit besteht, die
20 Reaktionskammern vor der Befüllung mit flüssiger Phase zu
evakuieren.
- Vorzugsweise münden auch die Auslaßöffnungen für die
Entlüftung der Reaktionskammern in einen im oberen Teil
25 oder oberen Rand des geschlossenen Pakets verlaufenden
Entlüftungs-Sammelkanal. Jede Platte und ggf. jeder
Rahmen besitzt in diesem Fall eine weitere senkrecht zur
Fläche der Platte bzw. der Rahmenfläche verlaufende
Bohrung im oberen Rand, von der aus eine als Bohrung oder
30 vorteilhafterweise als in der Fläche der Platte liegender
Kanal ausgebildete Verbindung in die Kammer mündet. Die
Kammern eines geschlossenen Pakets werden dann über die
im Rahmen des Pakets verlaufende Entlüftungs-Sammel-
leitung entlüftet.
- 35 Nach der Befüllung der Reaktionskammern mit der flüssigen
Phase wird die Umwandlung in die feste Phase durch-

- 1 geführt. Danach wird das aus den Platten and ggf. Rahmen
bestehende Paket getrennt bzw. auseinandergenommen, wozu
die einzelnen Platten und ggf. Rahmen des Pakets in der
Regel auseinandergeschoben werden, wodurch die Reaktions-
5 kammern geöffnet werden und die in den Reaktionskammern
gebildete feste Phase aus den geöffneten Reaktionskammern
entnommen werden kann. Bei waagerecht hintereinander
angeordneten Platten mit erhöhten umlaufende Rändern
fällt die feste Phase häufig von selbst aus den geöffneten
10 Reaktionskammern nach unten.

- Um eine gute Abdichtung jeder Reaktionskammer nach außen
sicherzustellen, muß in der Trennfläche jeder Reaktions-
kammer eine umlaufende Dichtung eingelegt sein. Diese
15 Dichtung kann lose eingelegt sein. Zweckmäßigerweise ist
jedoch diese Dichtung in den Plattenrand fest eingelassen,
wodurch die Handhabung erleichtert wird.

- Die Bohrungen für die Sammelkanäle und die davon
20 abzweigenden Verbindungen in die einzelnen Reaktions-
kammern müssen innerhalb des Plattenteils oder Rahmen-
teils liegen, der von der umlaufenden Dichtung begrenzt
wird.

- 25 Die im geschlossenen Paket gebildeten flachen Reaktions-
kammern können einen quadratischen, rechteckigen,
vieleckigen, runden, elliptischen oder anderen
Querschnitt besitzen. Normalerweise besitzen sie einen
quadratischen oder rechteckigen Querschnitt. Insbesondere
30 für die Bildung von halbfesten, gel- oder gallert-
förmigen, gegebenenfalls klebrigen Phasen, wie sie z.B.
bei der Durchführung von entsprechenden Polymerisations-
verfahren oder Copolymerisationsverfahren entstehen,
werden die Dicken der umlaufenden Ränder der Platten bzw.
35 die Dicken der Rahmen so gewählt, daß Reaktionskammern
mit einer Dicke von 2 bis 100mm, vorzugsweise 10 bis
40mm, im geschlossenen Paket entstehen. Bei diesen

- 1 Abmessungen entspricht eine Reaktionskammer einer
Scheibe, deren Breite und Höhe durch die inneren, vom
erhöhtem Rand begrenzten Plattenabmessungen bzw. durch
die lichte Länge und Breite des Rahmens und deren Dicke
5 durch die Abstände der Plattenflächen im geschlossenen
Paket gegeben ist, wobei diese Abstände durch die Dicke
der umlaufenden Ränder bzw. die Dicke der Rahmen gegeben
sind.
- 10 Die Platten und ggf. Rahmen werden aus einem Werkstoff -
hergestellt, dessen Eigenschaften den Eigenschaften der
zu bearbeitenden flüssigen und der erhaltenen festen
Phase angepaßt sind. Geeignet sind z.B. Metalle wie
Gußeisen, Aluminium, Messing, Kupfer, Stahl, wobei die
15 Metalle gegebenenfalls einen Überzug eines anderen
Metalls, wie z.B. Blei, von Email, Gummi oder eines
Kunststoffes besitzen können. Andere geeignete
Materialien sind z.B. Kunststoffe wie z.B. Polytetra-
fluorethylen, Polyethylen, Polypropylen, Polyvinyliden-
20 difluorid etc. Auch Holz, gegebenenfalls mit einem
Kunststoff beschichtet, kann geeignet sein. Für klebrige
feste bzw. halbfeste, gel- oder gallertförmige Phasen,
wie z.B. Polymerisate oder Copolymerisate auf der Basis
von Salzen der Acrylsäure, Methacrylsäure, Acrylamid
25 etc., haben sich als Werkstoffe Kunststoffe, insbesondere
die genannten Kunststoffe, vorzugsweise Polypropylen, be-
währt, die mit Talkum gefüllt sind. So weist z.B. ein mit
20 Gew.% mit Talkum gefülltes Polypropylen hervorragende
antiadhäsive Eigenschaften auf und besitzt eine etwa
30 doppelt so große Wärmeleitfähigkeit wie ungefülltes Poly-
propylen, wobei die bekannten günstigen Eigenschaften des
Polypropylen wie Formstabilität, Flexibilität und gerin-
ges Gewicht erhalten geblieben sind.
- 35 Die Platten sind so ausgebildet daß sie beheizt und/oder
gekühlt werden können. Eine Beheizung kann z.B. durch
eine in der Platte verlegte elektrische Widerstandshei-

1 zung erfolgen. Normalerweise erfolgt eine Beheizung oder
Kühlung mittels eines geeigneten Wärmeaustauschmediums,
das durch die entsprechend ausgebildeten Platten geleitet
wird. Für die Aufnahme des Wärmeaustauschmediums sind die
5 Platten z.B. hohl ausgebildet oder von einem Kanal oder
mehreren Kanälen durchzogen. Ein einziger Kanal in einer
Platte ist zweckmäßigerweise mäanderförmig verlegt, um
eine möglichst gleichmäßige Beheizung oder Kühlung zu
erreichen. Platten, die von einem Wärmeaustauschmedium
10 durchströmt werden, müssen eine Zu- und eine Ableitung
für das Wärmeaustauschmedium besitzen. Diese Zu- und
Ableitung kann so ausgeführt sein, daß jede Platte von
außen, zweckmäßigerweise über eine externe Sammelleitung,
mit dem Wärmeaustauschmedium beaufschlagt werden kann.
15 Vorteilhafterweise sind dabei die Zu- und Ableitung so
angeordnet, daß das Wärmeaustauschmedium die einzelne
Platte von unten nach oben, zweckmäßigerweise in mehreren
Kanälen, durchströmt. Es ist auch möglich, die Platten
mit zwei voneinander getrennten Bohrungen senkrecht zur
20 Plattenfläche im Plattenrand zu versehen, so daß bei
zusammengehaltenen bzw. zusammengepreßten Platten zwei
durch das gesamte Plattenpaket laufende Sammelleitungen
gebildet werden, von denen über Bohrungen das Wärmeaus-
tauschmedium den Platten zugeführt und aus den Platten
25 abgeführt werden kann.

Wenn das Wärmeaustauschmedium den Platten über Sammel-
leitungen zu- bzw. abgeführt wird, die durch das zusam-
mengehaltene bzw. zusammengepreßte Plattenpaket laufen,
30 dann muß vor der Entnahme der festen Phase aus den Kam-
mern das Wärmeaustauschmedium aus den Platten und Sammel-
leitungen entfernt werden, weil es sonst zu einer uner-
wünschten Vereinigung von fester Phase und Wärmeaus-
tauschmedium kommt. Aus diesem Grund ist es in der Regel
35 zweckmäßiger, die Platten nicht über interne, im ge-
schlossenen Plattenpaket verlaufende Sammelleitungen mit
einem Wärmeaustauschmedium zu beaufschlagen, sondern über

- 1 Zu- und Ableitungen, die an externe Sammelleitungen ange-
geschlossen werden. Diese Zu- und Ableitungen können mit
Schläuchen oder Rohrleitungen mit Gelenken an die Sammel-
5 leitungen oder Vorratsbehälter für das Wärmeaustauschme-
dium angeschlossen werden, damit ein problemloses Öffnen
des Plattenpakets möglich ist.

- In manchen Fällen kann der bei der Umwandlung der flüssi-
gen in die feste Phase gewünschte Temperaturverlauf auch
10 ohne Wärmezufuhr oder -abfuhr einfach durch geeignete
Wahl des Werkstoffs und der Abmessungen der Platten bzw.
der Rahmen (insbesondere der die Kammerdicke beeinflus-
senden Maße) erreicht werden.

- 15 Die Abfuhr von Wärme bei der Umwandlung der flüssigen
in die feste Phase ist auch dadurch möglich, daß die
Platten mit Hohlräumen versehen und mit Substanzen ge-
füllt werden, deren Schmelzpunkt in einem für den ge-
wünschten Temperaturverlauf geeigneten Bereich liegt und
20 die durch ihre Schmelzwärme in der Lage sind, einen aus-
reichend großen Teil der Reaktionswärme aufzunehmen, ohne
die eigene Temperatur wesentlich zu erhöhen. Als derarti-
ge Substanzen eignen sich z.B. Calciumchlorid (Schmelz-
punkt 28°C), Glaubersalz (Schmelzpunkt 32°C), Dinatrium-
25 phosphat (Schmelzpunkt 35°C), verschiedene Paraffine etc.

- Eine in vielen Fällen für die Herstellung von halbfesten,
gel- oder gallertförmigen, insbesondere klebrigen Produk-
ten, wie z.B. Co- oder Homopolymerisaten, besonders
30 günstige Ausgestaltung einer für das Durchströmen mit
einem Wärmeaustauschmedium ausgebildeten Platte besteht
darin, daß die beiden den Kammern zugewandten Plattenflä-
chen als wölbbare Membranen ausgebildet sind. Dadurch ist
es möglich, in dem zusammengepreßten Paket durch eine
35 geringfügige Erhöhung des Drucks des flüssigen Wärmeaus-
tauschmediums um z.B. 0,1 bis 0,5 bar, vorzugsweise 0,1
bis 0,3 bar, die Membranen in die Reaktionskammern hin-

- 1 einzuwölben und dadurch den Kammerinhalt zu verkleinern.
Die Reaktionskammern werden dann über den im Plattenrand
verlaufenden Sammelkanal mit der flüssigen Phase befüllt.
Nach der Beendigung des Befüllungsvorgangs wird die
- 5 Druckerhöhung des flüssigen Wärmeaustauschmediums wieder
zurückgenommen, und/oder der Druck auf der Kammerseite
der Vorrichtung entsprechend erhöht, wodurch die Wölbung
der Membranen verschwindet und sich der Inhalt der Reak-
tionskammern vergrößert. Dadurch wird erreicht, daß die
- 10 noch im Sammelkanal und in den Verbindungen zwischen
Sammelkanal und Reaktionskammern vorhandene flüssige
Phase in die Reaktionskammern abläuft. Zur Bildung derar-
tiger wölbbarer Membranen sind insbesondere die bereits
genannten Kunststoffe geeignet. Die Membran kann z.B.
- 15 eine Dicke von 1 bis 4mm, vorzugsweise 2 bis 3,5mm,
besitzen. Der Rand der Membran ist mit dem Rand der
Platte fest verbunden, z.B. verklebt oder verschweißt,
oder ist mit der Platte aus einem Stück gefertigt.
- 20 Alle Platten und ggf. Rahmen eines Plattenpakets sind
gleich ausgebildet mit Ausnahme der Kopf- und Fußplatte
(erste und letzte Platte), die nur auf den den übrigen
Platten zugewandten Seiten wie die übrigen Platten
ausgebildet sind.
- 25 Für die durch das Plattenpaket verlaufenden Sammelkanäle,
für die Zuführung der flüssigen Phase und der Entlüftung
der Reaktionskammern, sind in der Kopf- und/oder
Fußplatte entsprechende externe Ein- und Auslässe
- 30 vorhanden. Entsprechendes gilt, falls den Platten ein
Wärmeaustauschmedium über im Innern des Plattenpakets
verlaufende Sammelleitungen zugeführt und aus den Platten
abgeführt wird.
- 35 Es ist auch möglich, Meßsonden, z.B. Temperaturfühler, in
einer Reaktionskammer oder auf oder in einer Platten-
fläche anzuordnen, um den Verlauf des gemessenen

- 1 Parameters zu verfolgen und gegebenenfalls durch eine
Anderung d r Temperaturführung zu beeinflussen.

- 5 Die Presse kann in bekannter Weise z.B. als mechanische
oder als hydraulische Presse ausgeführt sein. Normalerweise sind das ortsfeste Fußteil und das ebenfalls ortsfeste Kopfteil der Presse über Zugstangen oder Holme miteinander verbunden. Die Platten und ggf. Rahmen besitzen zum Verschieben auf den Zugstangen oder Holmen z.B.
10 Räder, Rollen, Aufhängungen oder Auflagen.

An Hand der beiliegenden Figuren wird die Erfindung weiter erläutert. Es zeigen in beispielsweise und schematischer Darstellung:

15

Figur 1a: Die Ansicht einer Platte, mit erhöhten umlaufenden Rändern.

1b: Den Schnitt durch die in Figur 1a dargestellte Platte längs der Linie A - A.

20

1c: Die Ansicht einer Platte ohne erhöhte umlaufende Ränder.

1d: den Schnitt durch die in Figur 1c dargestellte Platte längs der Linie A-A.

1e: Die Ansicht eines Rahmens,

25

1f: den Schnitt durch den in Figur 1e dargestellten Rahmen längs der Linie A - A.

Figur 2a: einen Längsschnitt durch ein zusammengepreßtes Paket, das aus Platten der Figuren 1c und 1d mit dazwischengelegten Rahmen der Figuren 1e und 1f besteht,
30

Figur 2: einen Längsschnitt durch ein zusammengepreßtes Paket, der in den Figuren 1a und 1b dargestellten Platten,
35

Figuren 6a und 6b: einen Schnitt bzw. Teilschnitt durch
5 zwei Platten mit wölbbaeren Membranen und
senkrechten Kanälen,

Figur 7: Schnitt durch eine Kopfplatte mit eingebautem Temperaturfühler.

15 **Figur 8:** das Fließschema einer Anlage zur Durch-
 führung von Polymerisationen unter Ver-
 wendung einer erfindungsgemäßen Vorricht-
 ung.

Die in der Figur 1a in der Aufsicht und in der Figur 1b
im Schnitt längs der Linie A - A in Figur 1a dargestellte
Platte 1 besitzt an beiden Seiten einen erhöhten
umlaufenden Rand 2, der zur Plattenmitte hin abgeschrägt
ist. Auf einer Plattenseite ist in diesen umlaufenden
Rand die Dichtung 3 eingelassen. Der obere Plattenrand
ist von den Bohrungen 4 und 5 durchbohrt. Von der Bohrung
4 verläuft der offene Kanal 6 im Plattenrand nach unten,
und von der Bohrung 5 verläuft der offene Kanal 7 im
Plattenrand nach unten. Die Platte besitzt an beiden
Seiten Auflagen 8, mit denen sie auf den Zugstangen oder
Holmen der Presse verschiebbar ist

Die Platte 1 ist, wie aus Figur 1b ersichtlich, von einem mäanderförmig verlaufenden Kanal 9 durchzogen, der in eine Zuleitung 10 und eine Ableitung 11 für das Wärmeaus-
35 tauschmedium mündet. Bei der in Figur 1b dargestellten Ausführungsform besitzt der Kanal 9 einen runden Ausschnitt und ist in die Platte 1 eingegossen.

1

Die in der Figur 1c in der Aufsicht und in der Figur 1d im Schnitt längs der Linie A - A in Figur 1c dargestellte Platte 1a besitzt keinen erhöhten umlaufenden Rand. Der obere Plattenrand ist von den Bohrungen 4 und 5 durchbohrt. Die Platte besitzt an beiden Seiten Auflagen 8, mit denen sie auf den Zugstangen oder Holmen der Presse verschiebbar ist. Die Platte 1a ist wie die Platte 1, ebenfalls von einem mäanderförmig verlaufenden Kanal 9 durchzogen, der in eine Zuleitung 10 und eine Ableitung 11 für das Wärmeaustauschmedium mündet. Bei der in Figur 1c dargestellten Ausführungsform besitzt der Kanal 9 einen runden Querschnitt und ist in die Platte 1a eingegossen.

15

In Figur 1e ist ein Rahmen 1b in der Aufsicht und in Figur 1f im Schnitt längs der Linie A - A in Figur 1e dargestellt. Der obere Rand des Rahmens ist von den Bohrungen 4 und 5 durchbohrt. Von der Bohrung 4 verläuft der offene Kanal 6 in der Rahmenfläche nach unten, und von der Bohrung 5 verläuft der offene Kanal 7 in der Rahmenfläche nach unten. Der Rahmen 1b besitzt auf beiden Seiten je eine umlaufende, in den Rahmen eingelassene Dichtung 3. Der obere Rand des Rahmens ist von den Bohrungen 4 und 5 durchbohrt. Die an den beiden Seiten des Rahmens angebrachten Auflagen, zum Verschieben des Rahmens auf den Holmen oder Zugstangen der Presse sind wieder mit 8 beziffert.

20

25

30

In Figur 2 sind sechs der in den Figuren 1a und 1b dargestellten Platten 1 zusammen mit einer Kopfplatte 15 und einer Fußplatte 16 in Form eines zusammengepreßten Pakets zwischen dem ortsfesten Fußteil 17 und dem beweglichen Querhaupt 18 einer Presse angeordnet. Die Kopfplatte 15 und die Fußplatte 16 sind nur auf ihren dem Plattenpaket zugewandten Seiten wie die übrigen Platten 1 mit erhöhten Rändern 2 ausgebildet. Auf ihren anderen Seiten sind sie eben. In Figur 2 besitzen die Kopf- und

35

- 1 Fußplatte 15 und 16 je einen Wärmekanal 9. In manchen
Fällen erübrigt sich jedoch eine Beheizung oder Kühlung
der Kopf- und Fußplatte 15 und 16. In dem
zusammengepreßten Paket werden zwischen den Platten 1,
5 bzw. 15 und 16, Reaktionskammern 20 gebildet, die über
den von den Bohrungen 4 gebildeten Sammelkanal
(4 - 4) und den davon abzweigenden Kanälen 6 mit
flüssiger Phase befüllt werden. Der Sammelkanal (4 - 4)
mündet in den Anschluß 21 im Querhaupt 18. Wie aus der
10 Figur 2 ersichtlich ist, besitzt die Kopfplatte 15
ebenfalls eine Bohrung 4 und einen davon abzweigenden
Kanal 6, während die Fußplatte 16 keine derartige
Ausgestaltung besitzt.
- 15 Die Platten 1 und die Kopfplatte 15 besitzen Bohrungen 5
mit davon abzweigenden, in den Trennflächen der Kammern
verlaufenden Kanälen 7, die in Figur 2 jedoch nicht
sichtbar sind, und die zur Entlüftung der Kammern 20
dienen. Durch die Bohrungen 5 wird bei zusammengepreßtem
20 Plattenpaket ein Sammelkanal 5 - 5 gebildet.

In Figur 2a sind sieben der in an Figuren 1c und 1d dar-
gestellten Platten 1a zuammen mit einer Fußplatte 16a
und sieben der in den Figuren 1e und 1f dargestellten
25 Rahmen 16 in Form eines zusammengepreßten Pakets zwischen
dem ortsfesten Fußteil 17 und dem bewegliche Querhaupt 18
einer Presse angeordnet. Die Fußplatte 16a besitzt keine
Bohrung 4. In den zusammengepreßten Paket werden zwischen
den Platten 1a und den Rahmen Reaktionskammern 20 gebil-
30 det, die über den von den Bohrungen 4 gebildeten Sammel-
kanal (4 - 4) und den davon abzweigenden Kanälen 6 mit
flüssiger Phase befüllt werden. Der Sammelkanal (4 - 4)
mündet in den Anschluß 21 im Querhaupt 18.

- 35 Sofern nichts anderes angegeben, wird bei den folgenden
Erläuterungen auf die bevorzugte Ausführungsform der
Platten mit umlaufenden erhöhten Rändern Bezug genommen.

- 1 Die Ausführungen gelten jedoch für ebene Platten mit dazwischen gelegten Rahmen sinngemäß.

- 5 Um die Platten mittels eines flüssigen oder gasförmigen Wärmeaustauschmediums zu kühlen oder zu heizen, können sie auch hohl oder von mehreren Kanälen durchzogen ausgeführt werden. Der oder die Kanäle können nicht nur einen runden, sondern auch einen quadratischen oder einen anderen beliebigen Querschnitt besitzen. Eine Platte 1
10 mit einem Kanal 9 kann z.B. auch aus zwei entsprechend geformten Hälften zusammengesetzt, z.B. zusammengesweißt oder zusammengeklebt, sein, wie dies in Figur 3 angedeutet ist.

- 15 In den Figuren 4a und 4b sind vorteilhafte Ausführungen der Bohrungen 4 in der Platte 1 bzw. 15 dargestellt, die darin bestehen, daß die Bohrung 4 konisch wie in Figur 4a oder doppelkonisch wie in Figur 4b ausgeführt ist, wobei der größere Durchmesser in der Ebene des Kanals 6 liegt,
20 so daß der Sammelkanal 4 - 4 im Bereich jeder Verbindung 6 zu der Verbindung 6 hin geneigt ist. Dadurch wird erreicht, daß die durch den Sammelkanal 4 - 4 geleitete flüssige Phase vollständig durch die Verbindungen 6 in die Reaktionskammern 20 ablaufen kann und im Sammelkanal
25 4 - 4 keine flüssige Phase zurückbleibt. Dies kann auch durch eine entsprechend andere, z.B. ballige, konkave oder konvexe Ausführung der Bohrung 4 in jeder Platte bewirkt werden. Die Achse der Bohrungen 4 verläuft normalerweise senkrecht zu den Platten. Auch durch eine
30 geringe Abweichung der Achse von der senkrecht zur Plattenfläche verlaufenden Achse kann erreicht werden, daß sich die Bohrung 4 in einer Platte zu der Verbindung 6 hin neigt und ein vollständiges Leerlaufen des von den Bohrungen 4 gebildeten Sammelkanals 4 - 4 erreicht wird.

35

Die Reaktionskammern 20 brauchen in bezug auf die Berührungsfläche zweier Platten keinen symmetrischen

1 Querschnitt zu besitzen. Durch die in den Figuren 5a bis
5c dargestellte asymmetrische Ausgestaltung des erhöhten
Randes 2 werden zwischen je zwei Platten 1 Reaktions-
kammern 20 mit asymmetrischem Querschnitt gebildet. Diese
5 asymmetrische Querschnittsausbildung der Kammern bringt
bei der Entnahme von manchen gel- oder gallertförmigen
Phasen Vorteile, weil sich z.B. eine Gelplatte 25 zuerst
von den abgeschrägten Kanten löst. Deshalb löst sich eine
als feste Phase gebildete Gelplatte 25 bei der in den
10 Figuren 5a bis c dargestellten asymmetrischen Kammeraus-
bildung beim Öffnen des Plattenpakets zunächst im oberen
Bereich der rechten Platte 1 und gleichzeitig im unteren
Bereich der linken Platte 1 von den Wänden der beiden
Platten 1 und verformt sich dadurch, wie in Figur 5b dar-
15 gestellt, S-förmig. Beim weiteren Auseinanderschieben der
Platten 1 löst sich dann die Gelplatte 25 auch in ihrem
oberen Teil von der Kammerwand und fällt dann durch ihr
Eigengewicht nach unten aus der geöffneten Vorrichtung
heraus, wobei sie sich auch in ihrem unteren Teil von der
20 Kammerwand ablöst, vgl. Figur 5c.

In den Figuren 6a, und 6b sind Teilschnitte durch zwei
aneinandergedrückte Platten 1 dargestellt, die von mehre-
ren senkrechten Kanälen 9 durchzogen sind und bei denen
25 die einer Kammerseite zugewandte Seite als wölbbare Mem-
bran 26 ausgebildet ist. Die senkrechten Kanäle 9 ver-
binden die im oberen und unteren Rand der Platten 1 ange-
ordneten, senkrecht zur Zeichenebene der Figuren 6a und
6b verlaufenden Verteilungskanäle 27a und 28a bzw. 27b
30 und 28b miteinander. Die beiden unteren, im Rand einer
Platte liegenden Verteilungskanäle 28a und 28b münden
ihrerseits in einen gemeinsamen (nicht dargestellten)
Einlaß für das Wärmeaustauschmedium, und die beiden im
oberen Rand einer Platte liegenden Verteilungskanäle 27a
35 und 27b münden ihrerseits in einen gemeinsamen (nicht
dargestellten) Auslaß für das Wärmeaustauschmedium. In
der Mitte einer wölbbaren Membran 26 ist eine Distanznop-

1 pe 29 vorhanden, deren Höhe so gewählt wird, daß eine zu starke Wölbung der Membran 26 verhindert wird.

5 Die wölbbaren Membranen 26 können z.B. von einer ca. 1 bis 5 mm dicken Kunststoffplatte gebildet werden, die an ihren Rändern mit der Platte 1 verschweißt, verklebt oder auf sonstige Weise fest verbunden ist. Durch die in den Figuren 6a und 6b nicht-dargestellten Zuleitungen wird den Platten ein gasförmiges, normalerweise aber flüssiges
10 Wärmeaustauschmedium zugeführt und in die Verteilungskanäle 28a und 28b geleitet. Von dort strömt das Wärmeaustauschmedium durch die senkrechten Kanäle 9 nach oben, die in die Verteilungskanäle 27a und 27b münden. Aus den Verteilungskanälen 27a und 27b wird das Wärmeaustauschmedium nach außen abgeleitet.
15

Der Druck des flüssigen Wärmeaustauschmediums wird vor der Befüllung der Reaktionskammern 20 mit der flüssigen Phase, die in eine feste Phase umgewandelt werden soll,
20 geringfügig erhöht, beispielsweise um 0,1 bis 0,3 bar, wodurch sich die Membranen 26 in die Reaktionskammern 20 hineinwölben, wie dies in Figur 6a schematisch in etwas übertriebenem Maße dargestellt ist. Bei aufrechterhaltenem Druck des Wärmeaustauschmediums, d.h. bei gewölbten
25 Membranen 26, werden nun die Reaktionskammern 20 über den Sammelkanal 4 - 4 und die Verbindungen 6 mit flüssiger Phase 30 befüllt, wie dies in Figur 6a schematisch dargestellt ist. Die in den Reaktionskammern 20 vorhandene gasförmige Phase entweicht während des Befüllungs-
30 vorgangs durch die in den Figuren 6a und 6b nicht sichtbaren Verbindungen 7 und den ebenfalls nicht sichtbaren Sammelkanal 5 - 5 nach außen. Nachdem die Reaktionskammern 20 bei gewölbten Membranen 26 mit der flüssigen Phase 30 befüllt worden sind, wird der Druck
35 des Wärmeaustauschmediums wieder auf Normaldruck erniedrigt und/oder der Druck auf der Kammerseite der Vorrichtung über den Druck auf der Wärmetauscherseite erhöht.

1 Dies kann z.B. durch Aufpressen eines Inertgases, wie
Stickstoff, auf die flüssige Phase 30 erfolgen, wodurch
die Wölbungen der Membranen 26 wieder verschwinden und
die Membranen 26 fest an die Kanäle 9 angepreßt werden,
5 vgl. Figur 6b. Damit ist eine Vergrößerung des Volumens
der Reaktionskammern 20 verbunden, wodurch nach dem Ab-
schalten der Zufuhr der flüssigen Phase 30 über den Sam-
melkanal 4-4 erreicht wird, daß die noch im Sammelkanal
4-4 und in den Verbindungen 6 vorhandene flüssige Phase
10 in die Kammern 20 fließt und im Sammelkanal 4-4 und den
Verbindungskanälen 6 keine flüssige Phase zurückbleibt.

Die Figur 6c zeigt den Schnitt durch die in Figur 6b dar-
gestellte Platte längs der Linie B - B. In der Platte
15 sind zu beiden Seiten jeweils neun senkrecht verlaufende
Kanäle 9 vorhanden, die den Kammerseiten zu von den
wölbaren Membranen 26 abgedeckt werden.

Figur 7 zeigt eine besondere Ausführung einer Fußplatte
20 mit eingebautem Temperaturfühler im Schnitt. Diese Fuß-
platte 16b besitzt wieder den erhöhten umlaufenden Rand 2
auf der dem Plattenpaket zugewandten Seite. Der vom er-
höhten umlaufenden Rand 2 umschlossene Teil der Platte,
der beim Zusammenpressen im Plattenpaket mit einer ande-
25 ren, entsprechend ausgebildeten Platte 1 die Hälfte einer
Reaktionskammer 20 bilden würde, ist mit einem Isolier-
material 31, z.B. geschäumtem Polystyrol, ausgefüllt und
von der Membran 32 abgedeckt. Eine Distanznoppe 33
verhindert ein Durchwölben der Membran 32. In der Membran
30 32 ist von der Plattenseite her ein Temperaturfühler 34
angeordnet, dessen Anschlußleitungen 35 nach außen ge-
führt sind. Mit Hilfe einer derartigen Anordnung kann der
Temperaturverlauf während der Phasenumwandlung in der
Kammer gemessen und gegebenenfalls durch Änderung der
35 Temperaturen und/oder der Strömungsgeschwindigkeiten des
Wärmeaustauschmediums beeinflußt werden.

In Figur 7 ist links angrenzend an die Fußplatte 16b noch ein Teil einer Platte 1 dargestellt.

Die in Figur 8 schematisch dargestellte Anlage ist insbesondere zur Durchführung eines Polymerisations- bzw. Co-Polymerisationsverfahrens, bei dem ein gel- oder gallertförmiges, gegebenenfalls klebriges, Produkt entsteht, unter Verwendung einer erfindungsgemäßen Vorrichtung geeignet. (Sofern bei der nachfolgenden Erläuterung der Figur 8 Bezugsziffern erwähnt werden, die in der Figur 8 aus Platzgründen nicht dargestellt sind, betreffen diese Bezugsziffern Sachverhalte, die in den vorhergehenden Figuren bereits im einzelnen erläutert worden sind).

Die Presse besteht aus dem ortsfesten Fußteil 17, dem ortsfesten Kopfteil 35, dem beweglichen Querhaupt 18, das vom Stempel 36 der (nicht dargestellten) Pressenhydraulik bewegt wird. Zwischen Querhaupt 18 und Kopfteil 17 sind die Kopfplatte 15, die Fußplatte 16b und dazwischen zwei Platten 1 angeordnet. (In der praktischen Ausführung sind zwischen Kopfplatte und Fußplatte in der Regel nicht nur zwei Platten 1, sondern eine größere Anzahl von identisch ausgebildeten Platten 1 angeordnet.) Die Ausführung der Platten 1 entspricht der in den Figuren 6a bis 6c dargestellten Ausführung. Wie aus der Figur 8 ersichtlich, ist der hier mit 4 bezeichnete Sammelkanal durch das Fußteil 17 der Presse nach außen geführt und der hier mit 5 bezeichnete Sammelkanal durch das Querhaupt 18 der Presse nach außen geführt. Es wäre z.B. aber auch möglich, beide Kanäle über die Kopfplatte oder die Fußplatte nach außen zu führen.

Die Platten 1 und die Kopfplatte 15 sind, wie dies in den Figuren 6a bis 6c im einzelnen für die Platten 1 dargestellt ist, von Kanälen 9 durchzogen.

Die von Kanälen 9 durchzogenen Platten 1 und 15 besitzen für die Zuführung des Wärmeaustauschmediums die Anschlüsse 10 und für dessen Abführung die Anschlüsse 11, die an die Leitungen 42 und 43 angeschlossen sind.

Die Anlage enthält ferner den statischen Mischbehälter 44, den Vorratsbehälter 45, die Leitungen 46 bis 56, die Pumpen 57 und 69, den Kugelhahn 58 und die Ventile 59 bis 68.

Zunächst wird die Produktseite der Anlage bei geschlossenen Ventilen 63, 64, 65, 67 und geöffneten Ventilen 66 und 68 über die Leitungen 48 und 56 evakuiert, wobei das Vakuum an die Leitung 56 angelegt wird. Gleichzeitig wird die Wärmeträgerseite der Anlage bei geschlossenen Ventilen 59, 61, 62, bei geöffnetem Ventil 60 über die Anschlüsse 11 und die Leitungen 42 und 53 evakuiert, wobei das Vakuum an die Leitung 53 angelegt wird. Dann wird das Ventil 60 geschlossen und über die Leitung 43 bei geöffneten Ventilen 61 und 62 von der Pumpe 57 Wärmeaustauschflüssigkeit zugeführt und über die Anschlüsse 10 den Verteilungskanälen der Platten 1 und 15 zugeführt, die in der Figur 6a mit 28a und 28b beziffert sind. Von diesen Verteilungskanälen aus wird die Wärmeaustauschflüssigkeit auf die in den Figuren 6a bis 6c mit 9 bezifferten Kanäle 9 verteilt, in denen sie nach oben strömt und sich in den Verteilungskanälen 27a und 27b sammelt, und von dort über die Anschlüsse 11 und die Leitung 42 zu dem (nicht dargestellten Kühl- oder Heizaggregat) zurückgeführt wird. Nach der Temperierung wird das Wärmeaustauschmedium von neuem von der Pumpe 57 umgewälzt.

Auf der Produktseite wird das Ventil 68 geschlossen und die Produktseite über die Leitungen 50 und 46 bei geöffneten Ventilen 67 und 63 mit Inertgas, z.B. Stickstoff, befüllt, das über die Leitungen 50 und 55 zugeführt wird. Dann wird bei geschlossenem Kugelhahn 58 und geöffneten

Ventilen 64 und 65 Monomerenlösung über die Leitung 51 in das Ansatzgefäß 44 gegeben, dessen Volumen z.B. 2 bis 10 %, vorzugsweise 3 bis 5 %, kleiner ist als das Gesamtvolumen aller Reaktionskammern 20. Dann wird der Druck auf der Wärmeträgerseite um z.B. 0,1 bis 0,3 bar erhöht, so daß sich die wölbbaren Membranen 26 der Platten nach innen in die Kammern 20 wölben. Dann wird der Kugelhahn 58 geöffnet und die Monomerenlösung, welche die flüssige Phase darstellt, über die Leitung 46 und den Sammelkanal 4 und die von diesem Sammelkanal abzweigenden Verbindungen 6 in die Reaktionskammern 20 geleitet. Dabei wird gleichzeitig aus dem Vorratsgefäß 45 von der Dosierpumpe 69 Katalysatorlösung über die Leitung 47 in die in der Leitung 46 fließende Monomerenlösung zudosiert, entsprechend dem Durchsatz der Monomerenlösung durch die Leitung 46.

Nachdem der Ansatzbehälter 44 leergelaufen ist, wird der Druck auf der Produktseite des Polymerisationsapparates durch Erhöhung des Druckes des Inertgases so weit gesteigert, bis er über dem des Wärmeträgers liegt. Hierdurch wird die Wölbung der Membranen rückgängig gemacht, so daß sich das Volumen der Reaktionskammern 20 gegenüber dem vorherigen Zustand vergrößert und die bis dahin ganz oder teilweise mit Monomerenlösung gefüllten Zu- und Entlüftungsleitungen bzw. -kanäle in den Platten leerlaufen.

Die Temperatur der Wärmeträgerflüssigkeit wird entsprechend dem Stand der Polymerisation so eingestellt, daß sich der gewünschte Temperaturverlauf im Produkt ergibt.

Nach Abschluß der Polymerisation wird der Druck auf der Produkt- und Wärmetauscherseite auf Normaldruck erniedrigt, die Zufuhr von Inertgas abgeschaltet, die Produktseite belüftet und anschließend die Presse geöffnet und die Plattenhälften nacheinander auseinander gedrückt, so daß die Gelplatten entnommen werden können.

Die Leitung 51 mit dem Ventil 64 dient auch zur Zufuhr .
von Spülflüssigkeit in dem Mischbehälter 44, aus dem sie
über den Kugelhahn 58 und die Leitung 52 abgeleitet wird.

Die erfindungsgemäße Vorrichtung ist vorzugsweise zur
Durchführung solcher Polymerisationsverfahren geeignet,
bei denen durch Homo-, Co- oder Mischpolymerisation
halbfeste, gel- oder gallertartige, gegebenenfalls auch
klebrige, in der Regel wasserlösliche Produkte entstehen.
Einige Monomere, aus denen derartige Produkte hergestellt

1 werden können, sind in der Einleitung beispielsweise .
angegeben. Polymerisationen, die in der erfindungsgemäßen
Vorrichtung besonders vorteilhaft durchgeführt werden
können, sind z.B. beschrieben in:

5 DE-A-30 27 422, DE-A-29 31 707, DE-A-28 07 709,
DE-A-25 02 012, DE-B-24 44 108, DE-C-11 01 760,
US-C-39 53 342, US-C-37 68 565, US-C-39 07 927,
US-C-39 26 718, US-C-39 48 783, US-C-39 29 741.

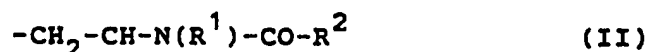
10 In der erfindungsgemäßen Vorrichtung können beispiels-
weise die hochmolekularen, wasserlöslichen Copolymerisat-
gele der DE-A-30 27 422 hergestellt werden, die in stati-
stischer Verteilung zu 5 bis 60 Gew.% aus Resten der For-
mel I

15



2 bis 40 Gew.% aus Resten der Formel II

20



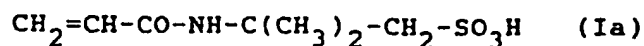
und 38 bis 93 Gew.% aus Resten der Formel III

25



bestehen, wobei R^1 und R^2 gleich oder verschieden sind
und Wasserstoff, Methyl, Ethyl oder gegebenenfalls zusam-
men auch Trimethylen, Y den Rest $-\text{CO}-\text{NH}-\text{C}(\text{CH}_3)_2-$ oder
eine direkte Bindung und X^+ ein Kation bedeuten. Diese
30 Produkte können auch in Form ihrer Partialhydrolysate
vorliegen.

Zur Herstellung von je 100 Gewichtsteilen des Copolymeri-
sats werden 5 bis 60 Gewichtsteile 2-Acrylamido-2-me-
35 thyl-propansulfonsäure der Formel Ia



1

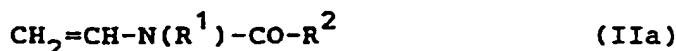
und/oder Vinylsulfonsäure der Formel Ib



5

in Wasser gelöst, durch Zusatz einer Base wird die Sulfosäure neutralisiert, danach werden 2 bis 40 Gewichtsteile eines Vinylacylamids der Formel IIa

10



15

und 38 bis 93 Gewichtsteile Acrylamid zugefügt, die Copolymerisation in an sich bekannter Weise eingeleitet, und die Polymerisation bei 0 bis 130°C, vorzugsweise zwischen 10 und 100°C, bei Normaldruck oder erhöhtem Druck, gegebenenfalls unter Schutzgasatmosphäre in einer erfindungsgemäßen Vorrichtung durchgeführt.

20

Zur Auslösung der Polymerisation können energiereiche elektromagnetische Strahlen oder die üblichen chemischen Polymerisationsinitiatoren herangezogen werden, z.B. organische Peroxide, wie Benzoylperoxid, tert. Butylhydroperoxid, Methylethylketonperoxid, Cumolhydroperoxid, Azoverbindungen, wie Azo-di-iso-butyro-nitril, sowie anorganische Peroxyverbindungen, wie $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ oder $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ oder H_2O_2 gegebenenfalls in Kombination mit Reduktionsmitteln, wie Natriumhydrogensulfit, oder Redoxsysteme, welche als reduzierende Komponente eine aliphatische und aromatische Sulfinsäure, wie Benzolsulfinsäure und Toluolsulfinsäure, oder Derivate dieser Säuren enthalten, wie z.B. Mannichaddukte aus Sulfinsäure, Aldehyden und Aminoverbindungen, wie sie in der deutschen Patentschrift 1 301 566 beschrieben sind. Pro 100g Gesamtmonomeren werden in der Regel 0,03 bis 2g des Polymerisationsinitiators eingesetzt.

35

- 1 Während der Polymerisation kann auch eine gleichzeitige
partielle Verseifung durchgeführt werden, wozu der Mono-
merenlösung eine geeignete wasserlösliche Base, wie z.B.
KOH oder NaOH, zugesetzt wird. Auch können der Monomeren-
5 lösung weitere vorteilhafte Zusätze, wie z.B. Salze der
Borsäure, zugesetzt sein.

- Durch mehrstündiges Nachheizen der Polymerisatgele in der
geschlossenen erfindungsgemäßen Vorrichtung im Tempera-
10 turbereich von 50 bis 130°C, vorzugsweise 70 bis 100°C,
können die Qualitätseigenschaften der Polymerisatgele
noch verbessert werden.

- Mit Hilfe der erfindungsgemäßen Vorrichtung kann die bei
15 einer Polymerisation auftretende Reaktionswärme so
gleichmäßig und wirkungsvoll abgeführt werden, daß es
normalerweise möglich ist, wesentlich konzentriertere
Monomerenlösungen zu polymerisieren, als dies ohne Ver-
wendung der erfindungsgemäßen Vorrichtung der Fall ist.
20 Typisch sind z.B. Konzentrationszunahmen um 30 bis 50
relative Prozent.

- Durch die gleichmäßige Wärmeabfuhr in der erfindungsge-
mäßen Vorrichtung werden bei Polymerisatgelen oder -gal-
25 lerten in der Regel höhere Molgewichte der Polymerisate
erreicht, was im Hinblick auf die anwendungstechnischen
Eigenschaften der Polymerisatgele, wie z.B. als
Flockungs- oder Sedimentationsmittel, als Strömungsbe-
schleuniger etc., erwünscht ist, weil dadurch in der
30 Regel eine bessere Wirkung erzielt wird.

Beispiel 1

- a) Herstellung der Monomerlösung:
35

in einem 10-l-Glasbehälter, ausgestattet mit Planschliff-
deckel, Rührer, Thermometer, Gaseinleitungsrohr und

- 1 Bodenauslaufventil werden 2772g 25%ige Natriumvinyl-
sulfonat-Lösung und 2500g entionisiertes Wasser vorge-
legt. Unter Rühren werden in diese Lösung 1501,5g Acryl-
amid und 115,5g N-Vinyl-N-methylacetamid sowie 40g einer
5 10%igen Dibutylammoniumchlorid-Lösung nacheinander einge-
tragen. In diese Lösung wird unter weiterem Rühren 20
Minuten Stickstoff eingeleitet. Danach setzt man 1,5g
Ammoniumperoxodisulfat sowie 1,5g Natriumhydrogensulfit
- gelöst in jeweils 35g entionisiertem Wasser - zu und
10 läßt weitere 3 Minuten unter Einleiten von Stickstoff
rühren. Die Lösung weist hierbei eine Temperatur von 20°C
auf; die Konzentration der Summe der Vinylmonomeren be-
trägt ca. 33%, bezogen auf den Gesamtansatz.
- 15 b) Polymerisation:
Ein - wie zuvor ausführlich beschriebener -Polymeri-
sationsapparat nach dem Kammerprinzip, bestehend aus 3
Vollkammern mit den Abmessungen 272 x 272 x 30mm sowie
einer Halbkammer zur Temperaturmessung mit den
20 Abmessungen 272 x 272 x 1,5mm, wird durch 2-maliges
Evakuieren der Reaktionskammer und anschließend
Einleiten von Stickstoff bis zum Atmosphärendruck für die
Aufnahme der Monomer-Lösung vorbereitet. Durch Anlegen
eines leichten Überdrucks (ca. 0,3 bar) auf der Kühlwas-
25 serseite wird das Volumen der Reaktionskammer infolge der
Membranwölbung geringfügig verkleinert. Sodann läßt man
die Monomer-Lösung über eine Schlauchverbindung zum Be-
füllkanal des Polymerisationsapparates aus dem 10-l-Glas-
behälter in den Polymerisationsapparat fließen, wobei der
30 aus den Reaktionskammern verdrängte Stickstoff über den
Entlüftungskanal und eine Schlauchleitung in den
10-l-Kolben geleitet wird. Danach gibt man auf die
Reaktionskammer einen leichten Stickstoffüberdruck (ca.
0,5 bar), wodurch infolge des Zurückdrückens der
35 Membranwände das maximale Volumen der Reaktionskammer und
damit eine vollständige Entleerung der Zuführungsleitung
erreicht wird. Nach einer Induktionszeit von ca.

1 30 Minuten setzt die Polymerisation ein, was an einem
leichten Temperaturanstieg zu erkennen ist. Durch ent-
sprechende Wahl von Kühlwassertemperatur und -durchsatz
wird die Reaktionstemperatur zwischen 20 und 30°C gehal-
5 ten. Nach ca. 120 Minuten ist die Polymerisation beendet.
Der Polymerisationsapparat wird geöffnet; in den Reak-
tionskammern resultieren Gelplatten, die sich leicht aus
dem Apparat entnehmen lassen .

10 Die Viskosität einer 0,2%igen (bezogen auf das
Polymerisat) wäßrigen Lösung mit einem Salzgehalt von
130g NaCl und 10g CaCl_2 pro Liter, die in einem
Brockfield-Viskosimeter bei einer Temperatur von 20°C und
einem Schergefälle von $D = 7,35^{-1}$ gemessen wird, beträgt
15 8,7 mPa.s.

Vergleichsbeispiel 1

a) Die Herstellung der Monomerlösung erfolgt wie im
20 Beispiel 1, jedoch werden zusätzlich zu den 2500g
weitere 2271 g entionisiertes Wasser zugestetzt, so
daß die Konzentration der Summe der Vinylmonomeren,
bezogen auf den Gesamtansatz, ca. 25 % beträgt.

25 b) Die Monomerlösung wird im 10-l-Gefäß belassen, die
Stickstoffeinleitung beendet und der Rührer
hochgezogen. Nach einer Induktionszeit von ca. 30
Minuten setzt die Polymerisation ein, wobei die
Temperatur von 20°C auf ca. 85°C ansteigt und die
30 Lösung in ein Gel übergeht.

Die Viskosität einer 0,2%igen (bezogen auf das
Polymerisat) wäßrigen Lösung mit einem Salzgehalt von
130g NaCl und 10g CaCl_2 pro Liter, die in einem
35 Brookfield-Viskosimeter bei einer Temperatur von 20°C
und einem Schergefälle von $D = 7,3 \text{ s}^{-1}$ gemessen wird,
beträgt 3,8 mPa.s.

Patentansprüche

1. Vorrichtung zur Überführung einer flüssigen in eine feste, vorzugsweise eine halbfeste, gel- oder gallertförmige Phase, wobei in einer Presse eine Mehrzahl von flachen, beheiz- bzw. kühlbaren, zusammenschiebbaren und auseinander-schiebbaren Reaktionskammern angeordnet ist, gekennzeichnet durch einen im Rand der zusammengeschobenen Reaktionskammern angeordneten Sammelkanal für die in die Reaktionskammern einzuführende flüssige Phase, von dem zu jeder Reaktionskammer eine in die Reaktionskammer mündende Verbindung abzweigt.

2. Vorrichtung nach Anspruch 1, gekennzeichnet durch einen im Rand der zusammengeschobenen Reaktionskammern angeordneten Sammelkanal für die aus den Reaktionskammern abzuführende gasförmige Phase, von dem zu jeder Reaktionskammer eine in die Reaktionskammer mündende Verbindung abzweigt.

3. Vorrichtung nach Anspruch 1 und/oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Reaktionskammern von heiz- und/oder kühlbaren Platten mit erhöhten umlaufenden Rand gebildet werden.

4. Vorrichtung nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Wände der Reaktionskammern als wölbbare Membranen ausgebildet sind.

5. Vorrichtung nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß die wölbbare Membran mindestens eine Distanznocke besitzt.

- 1 6. Vorrichtung nach einem oder mehreren der Ansprüche 1
bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß die quer zur Platten-
fläche verlaufende Bohrung zu der Verbindung hin geneigt
ausgeführt ist.

5

10

15

20

25

30

35

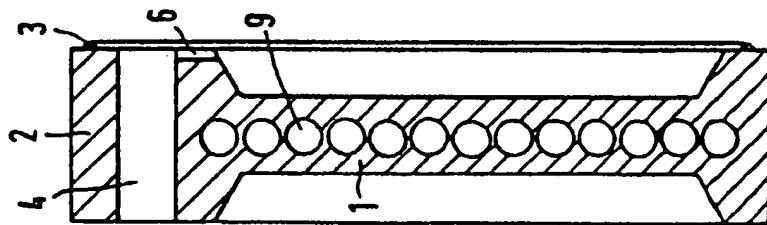
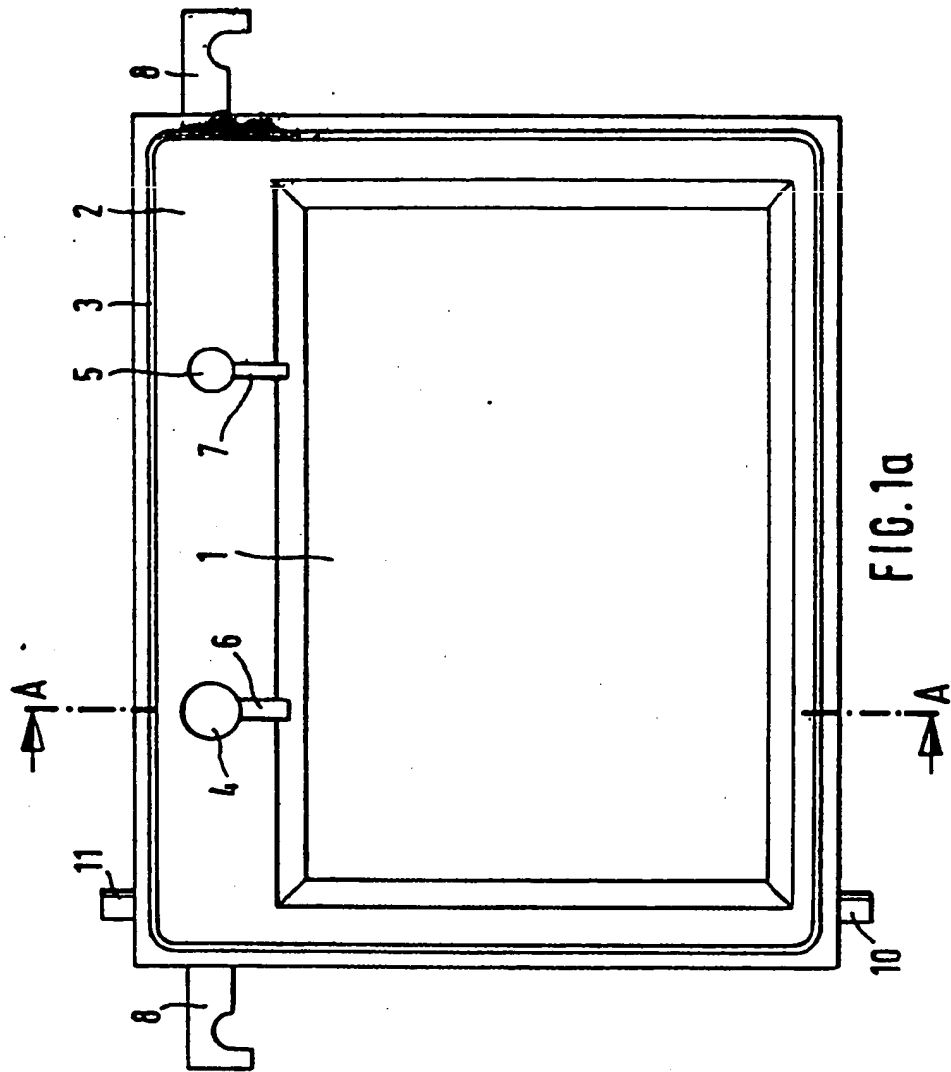
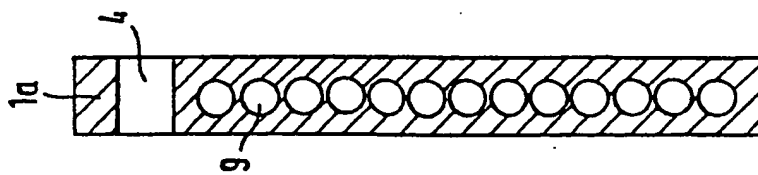
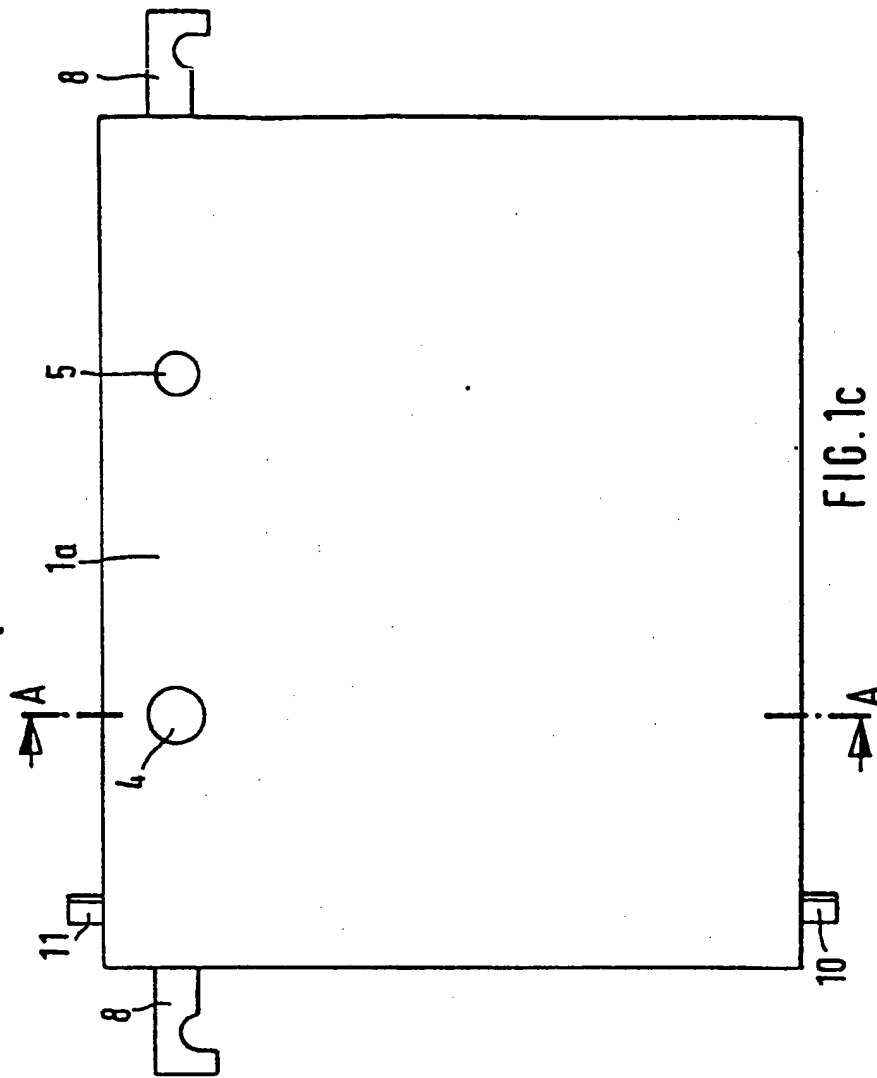


FIG. 1b

FIG. 1a



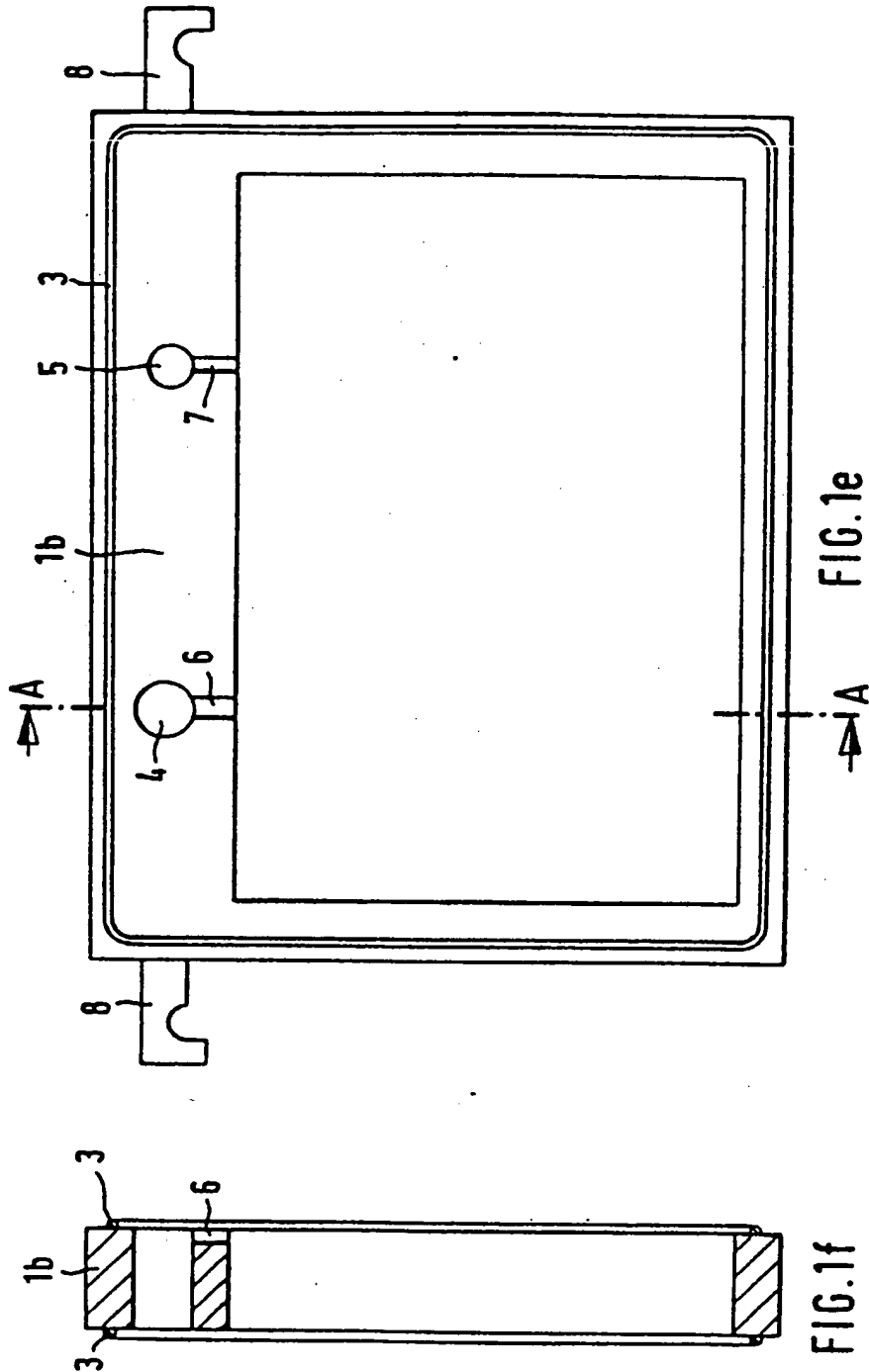


FIG. 1e

FIG. 1f

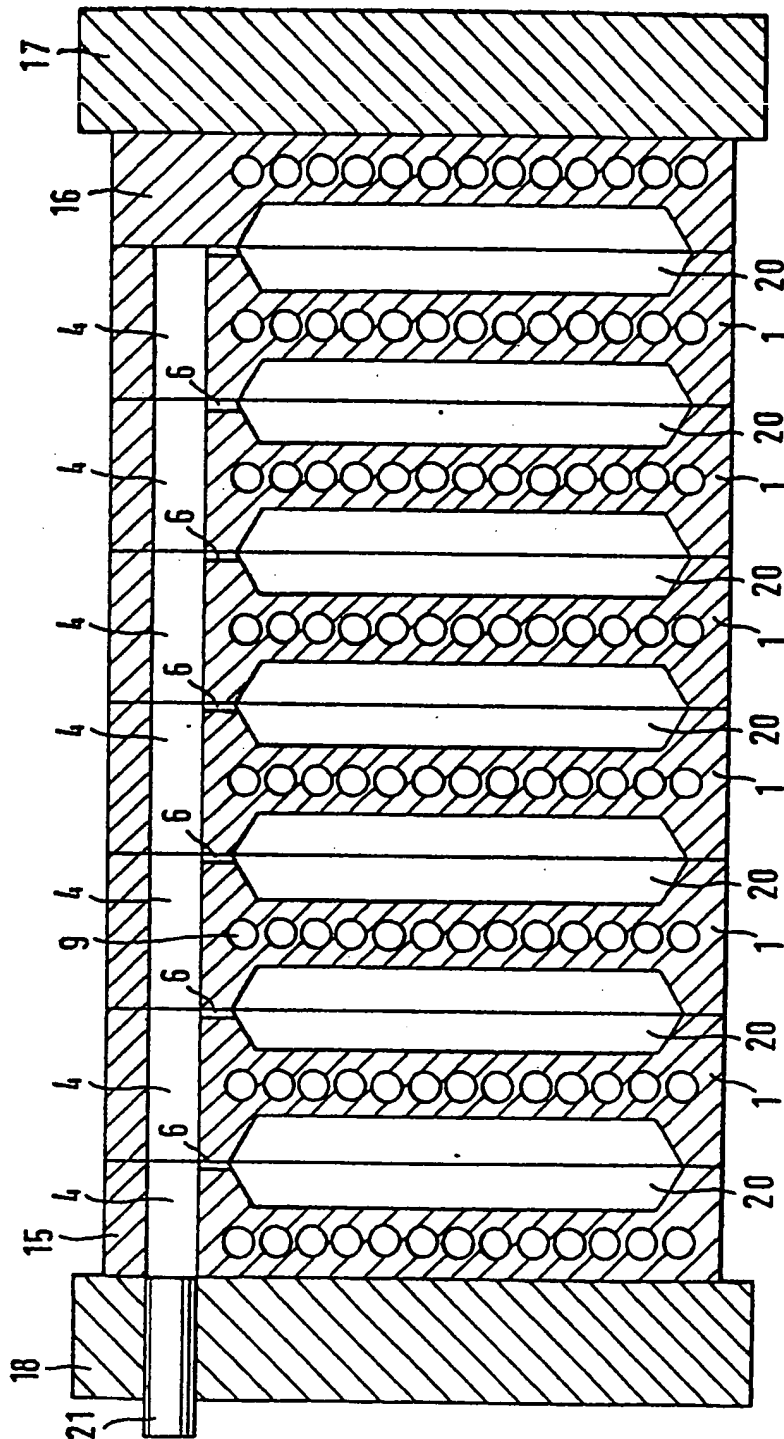


FIG. 2

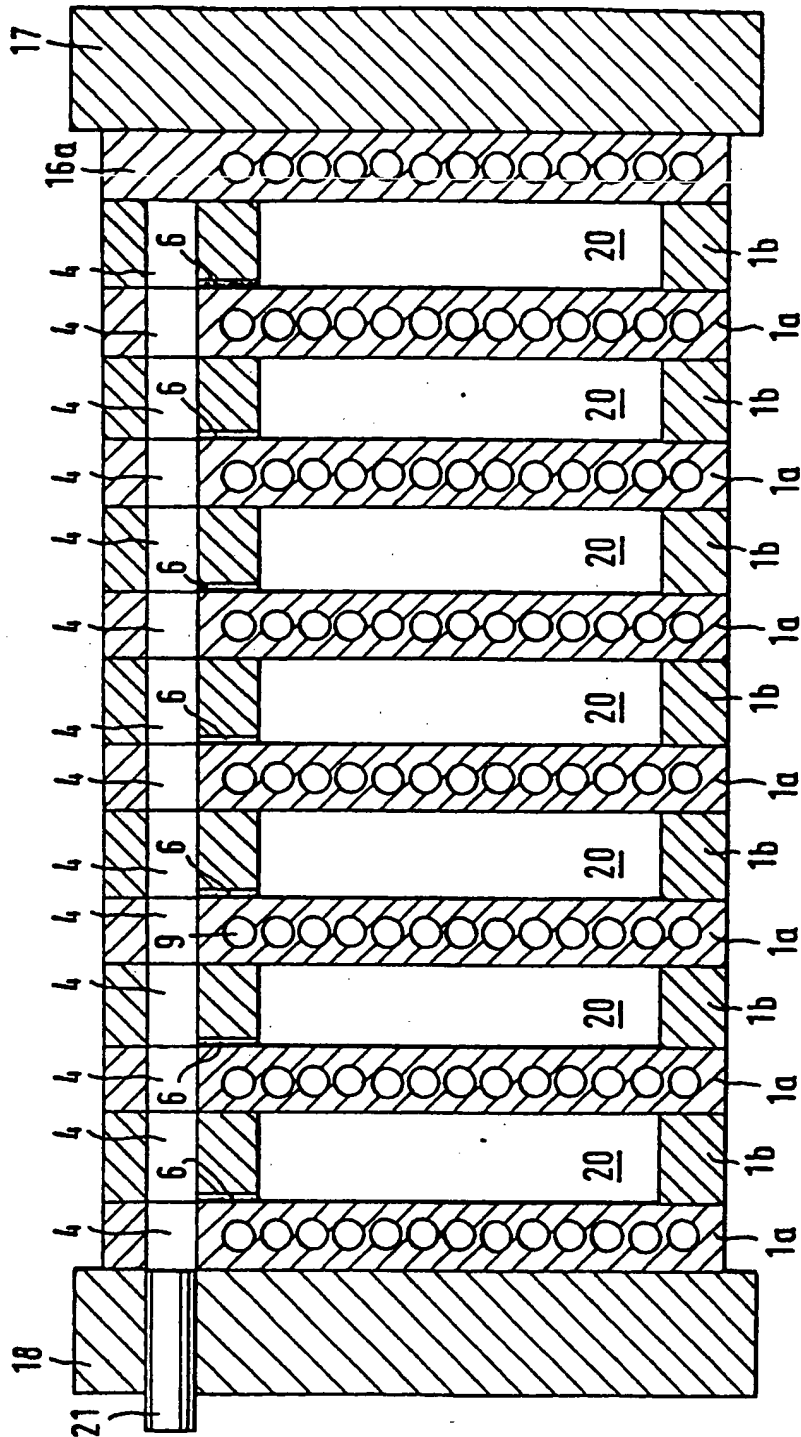


FIG. 2a

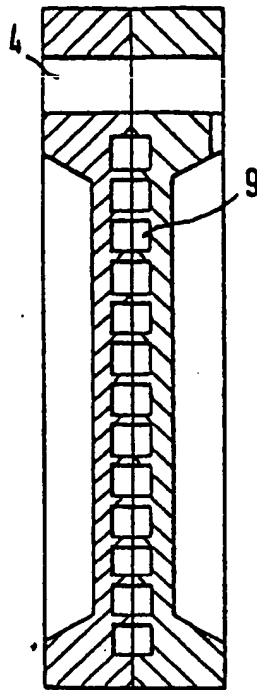


FIG. 3

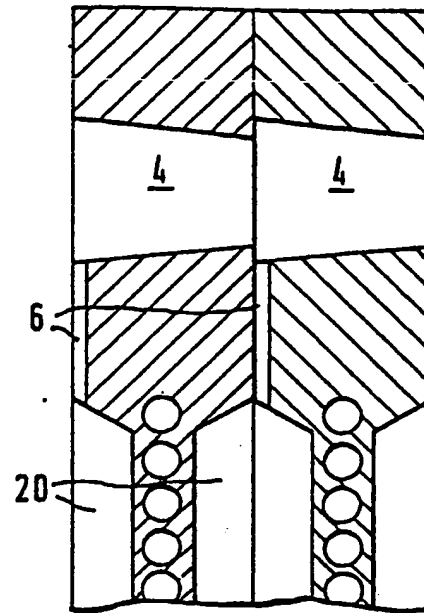


FIG. 4a

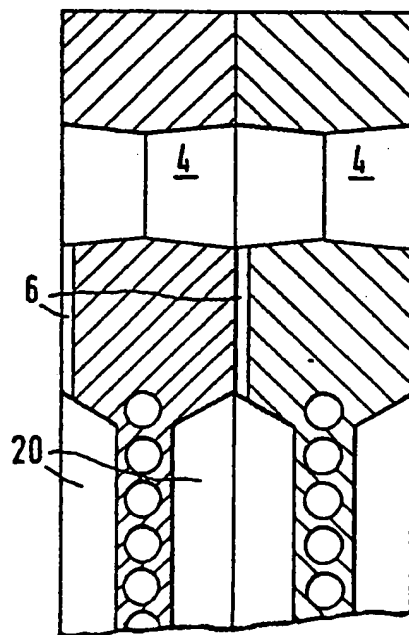


FIG. 4b

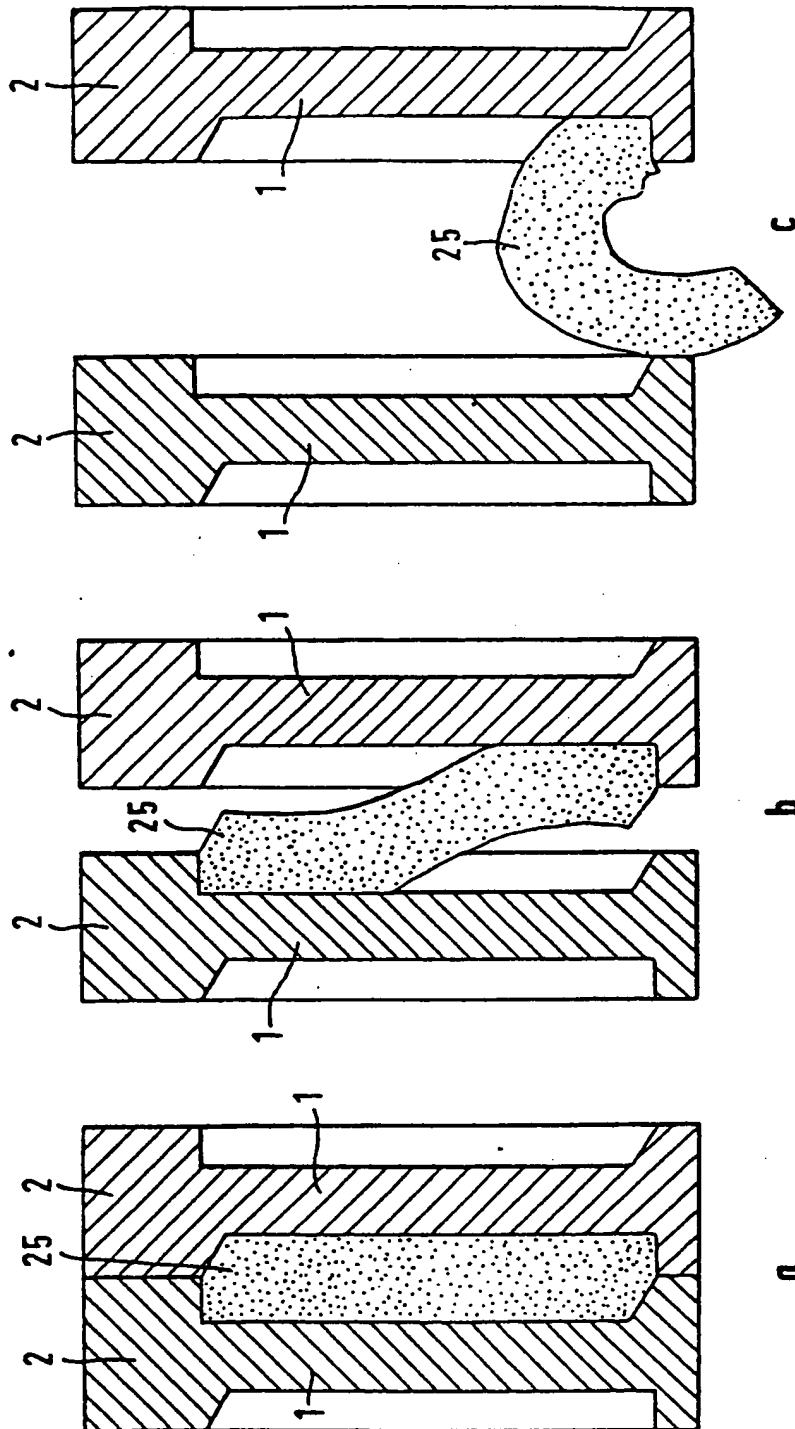


FIG. 5

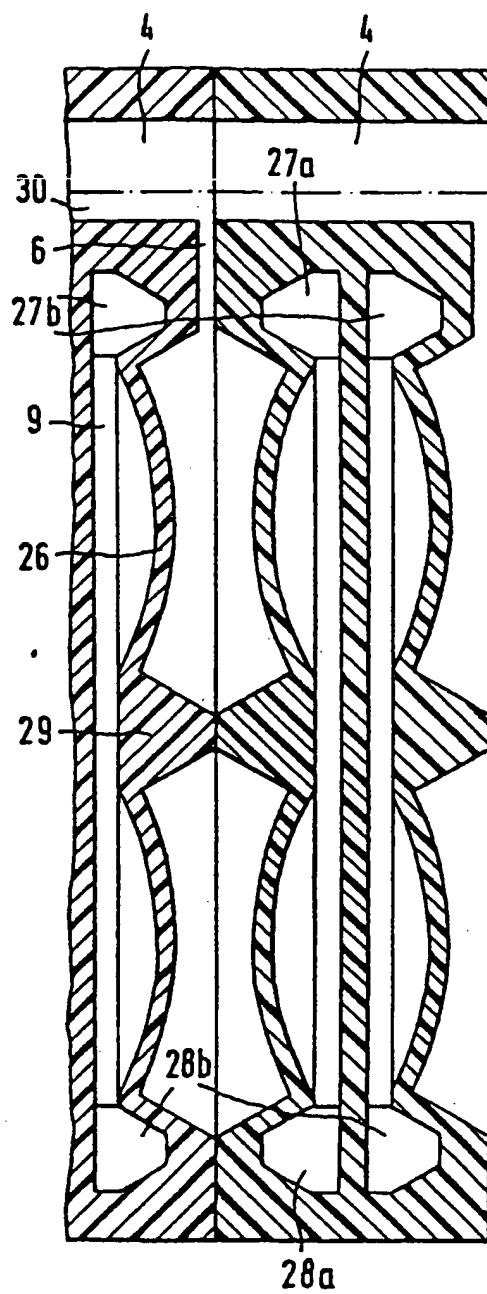


FIG. 6a

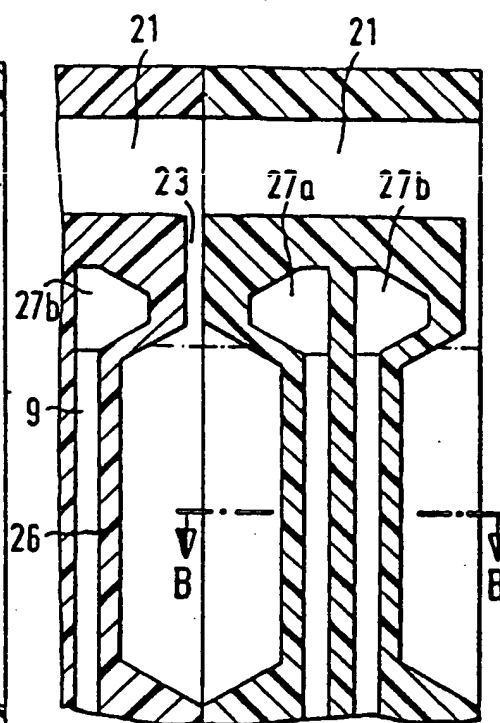


FIG. 6b

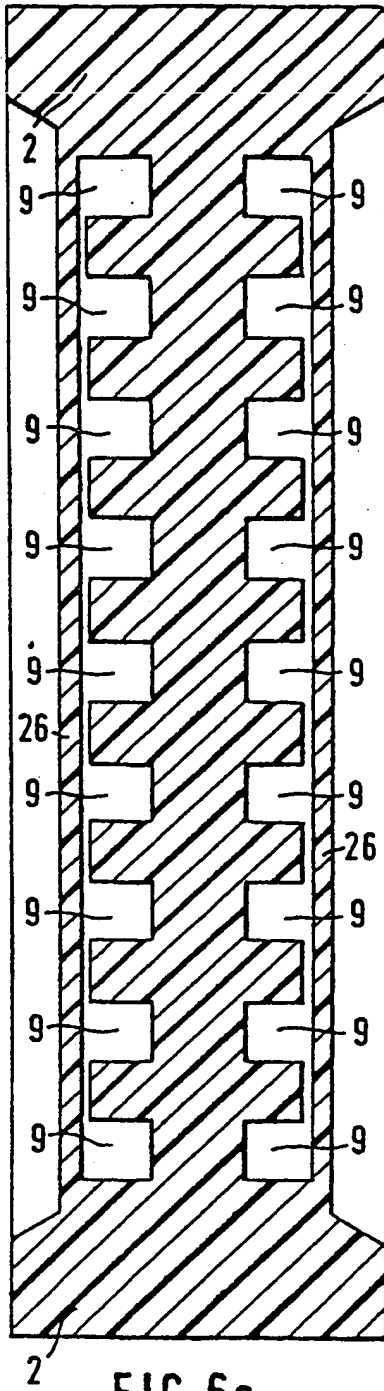


FIG. 6c

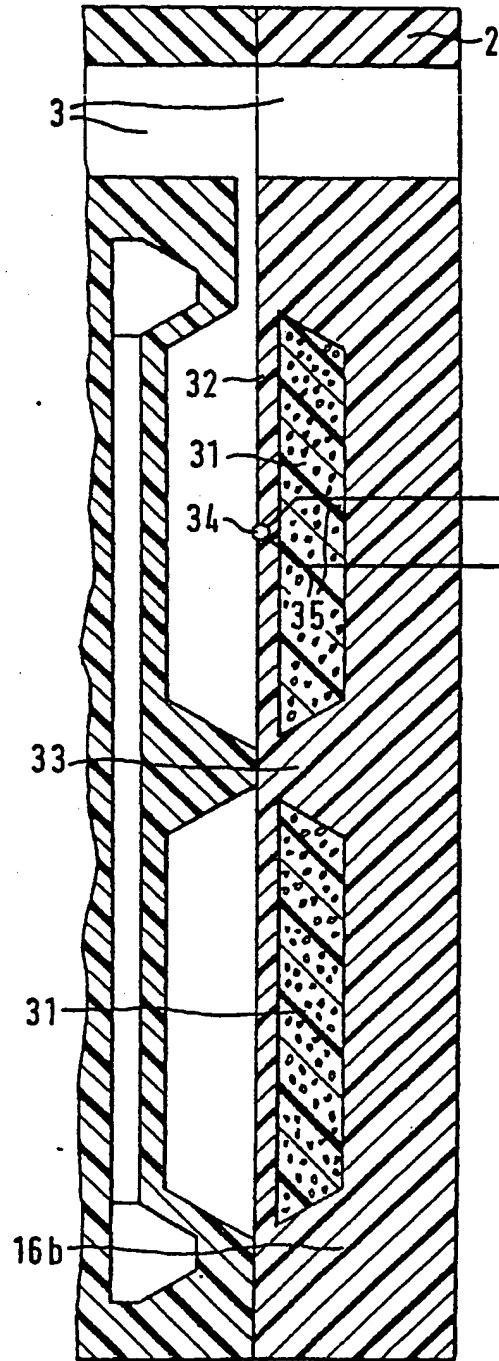


FIG. 7

